

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公告

⑫ 特許公報(B2)

昭62-9256

⑪ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭公告 昭和62年(1987)2月27日

C 08 K 3/22
C 01 F 7/02
C 08 L 101/00K A E
L S YA-6845-4J
7508-4G
B-7445-4J

発明の数 1 (全2頁)

⑮発明の名称 重合体材料用充填剤の製造法

⑯特 願 昭54-130724

⑰公 開 昭55-75435

⑱出 願 昭54(1979)10月9日

⑲昭55(1980)6月6日

優先権主張 ⑳1978年12月2日㉑西ドイツ(DE)㉒P2852273.8

㉓発 明 者 ヨルグ・フリードリッヒ・グレーバー ドイツ連邦共和国デー5300ボン1ブリュッセル・シュトラーセ35

㉔発 明 者 ギュンター・ヴィンクハウス ドイツ連邦共和国デー5300ケーニグスヴィンター1アフ・デム・シュタツベンバーク2ペー

㉕出 願 人 フェルアイニヒテ・アルミニウム・ヴェルケ・アクチエンゲゼルシャフト ドイツ連邦共和国デー5300ボン1ゲオルグ・フォン・ボーゼラゲル・ストラッセ25

㉖代 理 人 弁理士 古 谷 馨

審 査 官 伏 見 隆 夫

㉗参 考 文 献 特開 昭52-31999(JP, A)

1

2

⑳特許請求の範囲

1 バイヤー法で得た抽出液から固体三水酸化アルミニウムを結晶化させて僅かに過飽和の状態にし、該抽出液を温度上昇によりアルミニウムが不飽和の溶液に変え、その際温度を沸点以下に保持し、熱した不飽和溶液を固体Al(OH)₃と1ないし25時間接触させて置き、続いて得た固体生成物を濾過により分離して単結晶または結晶粒が丸みのある形状を有し、直径2μm以下の三水酸化アルミニウム単結晶または結晶粒の割合が0.1容積%未満であり、平均粒径が35μm未満である三水酸化アルミニウムを得ることを特徴とする重合体材料用充填材の製造法。

発明の詳細な説明

本発明は重合体材料ベースの複合材料に関する。

三水酸化アルミニウムを重合体材料、特にプラスチックの充填剤として使用することは公知である。その場合十分な量の三水酸化アルミニウムをプラスチックに混入すれば、防燃効果が得られる。三水酸化アルミニウムのプラスチックへの混

入は通常、流し込、圧縮成形その他の成形加工による后加工の前に行われる。

プラスチック工業に従来主として使用された三水酸化アルミニウムは、バイヤー法から直接得られる。個々の水酸化物粒の表面は尖ったかどがあり、組織が発達しており、割目が多い。平均直径は通常40-100μmである。プラスチックに混入すると、複合材料に粗い表面が生じる。

平均粒径5-25μmの粉碎した水酸化物もプラスチック充填剤として使用される。粉碎過程で結晶粒が砕かれ、分散される。多量の微細な破片と粉末状ダストが発生する。

プラスチック部材に上述の三水酸化アルミニウムを埋込むことは先行技術である。ところが三水酸化アルミニウムを含有するプラスチック品を大量生産する場合に、往々にして欠陥が現れた。製造中にプラスチック材料の粘度が予想外に変化するため、加工条件を保持することができなかつた。粘度の著しい増加も観察され、これが在来の方法によるプラスチック材料の後加工を妨げた。

粘度の調節のために三水酸化アルミニウムを含

(2)

特公 昭 62-9256

3

4

む複合材料にシランを混入することは、西ドイツ特許公開公報第2743682号により公知である。しかしそれによつて良好な加工法が保証される程度まで、粘度の上昇が抑制される訳でない。しかも複合材料へのシランの添加は技術的にめんどろである。なぜなら別個の工程でシランを水酸化物粒子に塗布しなければならないからである。

また慣用の三水酸化アルミニウムをプラスチック充填剤として使用する場合、時として複合材料の曲げ強度が大幅に低下することが認められた。5 充填されるプラスチック（例えば不飽和ポリエステル樹脂）の耐炎化のために必要なプラスチック／三水酸化アルミニウム混合比で曲げ強度が半減することが判明した。

本発明の課題は、依然として良好な加工性と高い強さを有し、依然としてなめらかな表面を示す難燃性複合材料を提供することである。この課題は本発明により特許請求の範囲に記載された特徴によつて解決される。

本発明により製造される三水酸化アルミニウムの粒子は、原料水酸化物の粒より遥かに少数の一次結晶で構成された結晶集塊から成る。それに伴つて、本発明により製造される三水酸化アルミニウムの平均粒径は原料水酸化物の粒径より小さい。本発明により製造される生成物の粒は特殊な特徴として、原料水酸化物と違つて、製造工程での軽微な溶解により丸みのある隅角部を有する。

しかも製造工程の結果、原料水酸化物中の微細分がほとんど溶解され、本発明により製造される生成物は $<2\mu m$ 未満の微細分がごく僅かしかない。

本発明により製造される水酸化物は、粉碎した水酸化物と違つて重合体材料に混入しやすい。こうして製作される複合材料は高い曲げ強度を示す。

特許請求の範囲第1項によれば、本発明による三水酸化アルミニウムは次のようにして製造される。すなわちアルミニウムを含まない30%苛性ソーダ溶液に温度40°Cで平均粒径 $65\mu m$ の固体三水酸化アルミニウムを混入し、リットル当り固体500gの懸濁液を作る。4時間後に懸濁液を濾過し、フィルターケーキから慣用の方法によりプラスチックへの混入に特に適した三水酸化アルミニウムが得られる。

特許請求の範囲第1項に記載の特殊な製造法は次の諸段階にわたつて行われる。すなわちバイヤー法で得られる抽出液は例えば $140g/\ell$ の遊離 Na_2O と $140g/\ell$ の Al_2O_3 から成る。この抽出液を48時間攪拌し除去して、 $80g/\ell$ の Al_2O_3 を含む僅かに過飽和の状態にする。次に抽出液を100°Cに熱して、アルミニウムが不飽和の溶液に変える。熱した不飽和溶液を平均粒径 $65\mu m$ の固体三水酸化アルミニウムで、固体分 $550g/\ell$ の懸濁液とする。3時間の接触時間の後に得た固体生成物を濾別し、慣用の処理法でプラスチックに混入しうる水酸化物に仕上げる。

対照例に基づいて本発明を説明する。

対照例

15 三水酸化アルミニウム試料と不飽和ポリエステル樹脂を重量比1:1で混合する。この混合物の粘度を測定する。パーオキシド硬化剤を使用し、コバルト助触媒を添加して混合物を硬化する。硬化した材料を寸法 $10\times 10\times 120mm$ の供試体に分割し、その曲げ強度を測定する。

(1) 使用した水酸化物：粉碎したバイヤー水酸化物 $Al(OH)_3$ 、平均粒径 $25\mu m$ 、 $<2\mu m$ 分1%。
20°Cで測定した粘度 8.2Pa.S
測定した曲げ強度 52N/mm²

25 表面粗さ なめらか
(2) 使用した水酸化物：バイヤー法で得た $Al(OH)_3$ 、平均粒径 $60\mu m$ 、 $<2\mu m$ 分0.1%以下
20°Cで測定した粘度 2.2Pa.S
測定した曲げ強度 54N/mm²
表面あらさ 粗い

(3) 使用した水酸化物：特許請求の範囲第1項により製造された $Al(OH)_3$ 、平均粒径 $25\mu m$ 、 $<2\mu m$ 分0.1%以下。
20°Cで測定した粘度 2.3Pa.S
測定した曲げ強度 66N/mm²
表面あらさ なめらか

対照例で明らかのように、(1)項による公知の複合材料は粘度が不良であり、曲げ強度が低い。

(2)項による $60\mu m$ という大きな平均粒径の三水酸化アルミニウムを含む、改善された複合材料は粘度が比較的良好であるけれども、しかし曲げ強さが不十分であり、表面が粗い。(3)項による、本発明の複合材料だけが良好な粘度と共に高い曲げ強度となめらかな表面を示す。